

JP 363187416 A  
AUG 1988

<p>88-259780/37 L03 M13 T03 HITA 29.01.87 HITACHI KK *J6 3187-416-A 29.01.87-JP-017172 (03.08.88) G11b-05/70 Magnetic recording medium - includes composite two/part underlayer with e.g. zirconium (alloy) lower layer and chromium (alloy) upper layer C88-115713</p>	L(3-B5K2) M(13-H)
<p>Medium has (1) non-magnetic substrate, (2) composite non-magnetic underlayer composed of (a) lower layer of Zr, Si, Ti, Y, Sc, Al, C, Ge, Sb or Cu or the alloy or Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, MgO and (b) upper layer of Cr, Mo, W, Ru, Os, Pd, V, Nb, Hf, Rh, Pt, Ir or the alloy, (3) metal magnetic thin layer and (4) protective-lubricating layer. ADVANTAGE - Modulation, SN ratio and recording fidelity are improved. In an example NIP magnetic layer was plated on Al-Mg alloy substrate. Lower Zr underlayer and upper Cr underlayer were provided on the NIP layer. Co-Ni magnetic metal thinlayer was provided on the composite underlayer. Carbon protective layer was provided on the Co-Ni magnetic thin layer. The magnetic recording medium has 28.0 D50, 7.0 dB SN ratio and 1% modulation.(11pp Dwg.No.0/4)</p>	<p>MAGNETIC LAYER</p> <p>Cr, Mo, W, Ru, Os, Pd, V, Nb, Hf, Rh, Pt, Ir</p> <p>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, MgO, Zr, Si, Ti, Y, Sc, Al, C, Ge, Sb or Cu</p> <p>SUBSTRATE</p>

⑪ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和63年(1988)8月3日

G 11 B 5/704

7350-5D

審査請求 未請求 発明の数 1 (全11頁)

⑭ 発明の名称 磁気記録媒体

⑮ 特 願 昭62-17172

⑯ 出 願 昭62(1987)1月29日

⑰ 発 明 者 城 石 芳 博 東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内

⑱ 発 明 者 菱 山 定 夫 東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内

⑲ 発 明 者 鈴 木 博 之 東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内

⑳ 発 明 者 大 野 徒 之 東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内

㉑ 出 願 人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地

㉒ 代 理 人 弁理士 中村 純之助

最終頁に続く

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

磁気記録媒体

## 2. 特許請求の範囲

1. 非磁性基板上に、下地層を介して形成された金属磁性薄膜からなる磁性層を有し、該磁性層の上に保護潤滑膜として非磁性被覆層を設けた磁気記録媒体において、上記下地層は非磁性の物質よりなる2層以上の複合下地層であって、該複合下地層の基板側下地層は、Zr, Si, Ti, Y, Sc, Al, C, Ge, Sb, Cuのうちより選ばれる少なくとも1種の元素、またはこれらの元素の少なくとも1種を主成分とする合金、もしくは酸化アルミニウム、酸化ケイ素、酸化マグネシウムのうちより選ばれる少なくとも1種の酸化物によって構成し、上記複合下地層の磁性層側下地層は、Cr, Mo, W, Ru, Os, Pd, V, Nb, Hf, Rh, Pt, Irのうちより選ばれる少なくとも1種の元素、または

これらの元素の少なくとも1種を主成分とする合金によって構成することを特徴とする磁気記録媒体。

2. 複合下地層を構成する材料がZr, Si, Ti, Y, Sc, Al, C, Ge, Sb, Cuの元素群、およびCr, Mo, W, Ru, Os, Pd, V, Nb, Hf, Rh, Pt, Irの元素群のうちより選ばれる少なくとも1種の元素、またはこれらの元素の少なくとも1種を主成分とする合金であって、基板側下地層と磁性層側下地層とは上記の元素または合金のうちより選ばれる同一材料を用い、上記基板側下地層は、モジュレーションが小さくなる条件で成膜し、上記磁性層側下地層は、S/N(シグナル/ノイズ)比が高くなる条件で成膜したことを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の磁気記録媒体。

3. 複合下地層を構成する合金は、Zr, Si, Ti, Y, Sc, Al, C, Ge, Sb, Cuのうちより選ばれる少なくとも1種の元素を主成分として含有し、これら以外の元素を20原子%以下

- 含有する合金、もしくはCr, Mo, W, Ru, Os, Pd, V, Nb, Hf, Rh, Pt, Irのうちより選ばれる少なくとも1種の元素を主成分として含有し、これら以外の元素を20原子%以下含有する合金であることを特徴とする特許請求の範囲第1項または第2項に記載の磁気記録媒体。
4. 基板側下地層をZr, Si, Tiのうちより選ばれる少なくとも1種の元素、またはこれらの元素の少なくとも1種を主成分とする合金となし、磁性層側下地層をCrもしくはCr合金としたことを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の磁気記録媒体。
5. 基板側下地層および磁性層側下地層のいずれもCrもしくはCr合金としたことを特徴とする特許請求の範囲第2項に記載の磁気記録媒体。
6. 非磁性基板は、Al合金基板に非磁性メッキ層であるNiPメッキを施した基板であることを特徴とする特許請求の範囲第1項ないし第5項のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。
7. 磁性層の組成が、CoもしくはCoを主成分とする合金よりなることを特徴とする特許請求の範囲第1項ないし第6項のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。
8. 磁性層の組成が、原子%でCoに対してNiを10~60%含むCo-Ni合金に、さらにZr, Ti, Hfのうちの少なくとも1種の元素を、CoとNiの合計量に対して総和で0.1~20%含有することを特徴とする特許請求の範囲第1項ないし第7項のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。
9. 磁性層の組成が、原子%でCoに対してNiを30~50%含むCo-Ni合金に、さらにZr, Ti, Hfのうちの少なくとも1種の元素を、CoとNiの合計量に対して総和で3~12%含有することを特徴とする特許請求の範囲第1項ないし第7項のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。
10. 磁性層の組成が、原子%でCoに対してCrを3~20%含むCo-Cr合金に、さらにZr, Ti, Hfのうちの少なくとも1種の元素を、重量%でCoとCrの合計量に対して総和で6~30%含有することを特徴とする特許請求の範囲第1項ないし第7項のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。
11. 磁性層の組成が、原子%でCoに対してCrを5~18%含むCo-Cr合金に、さらにZr, Ti, Hfのうちの少なくとも1種の元素を、重量%でCoとCrの合計量に対して10~25%含有することを特徴とする特許請求の範囲第1項ないし第7項のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。
12. 基板側下地層の膜厚が50~2500Åもしくは100~1000Åの範囲であることを特徴とする特許請求の範囲第1項ないし第11項のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。
13. 磁性層側下地層の膜厚が100~5000Åもしくは500~3000Åの範囲であることを特徴とする特許請求の範囲第1項ないし第12項のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。
14. 磁性層の膜厚が100~1000Åもしくは300~800Åの範囲であることを特徴とする特許請求の範囲第1項ないし第13項のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。
15. 磁性層の表面に保護潤滑膜として、膜厚が100~1000Åもしくは200~600Åの範囲の非磁性被覆層を設けたことを特徴とする特許請求の範囲第1項ないし第14項のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。
3. 発明の詳細な説明  
〔産業上の利用分野〕  
本発明は磁気ディスク装置などに用いられる磁気記録媒体に係り、特に高密度記録に好適で、S/N(シグナル/ノイズ)比が高く、再生出力の変動の少ない高性能で信頼性の高い磁気記録媒体に関する。  
〔従来の技術〕  
従来、高記録密度用の磁気記録媒体として、特公昭54-33523号公報に示されているように、磁性層に金属磁性薄膜を用いた磁気記録媒体が提案されている。この媒体の形成方法としては、一般に、スパッタリング法、真空蒸着法、各種のメッキ法、イオンプレーティング法、イオンビームス

バツタ法などがある。近年、高記録密度化への要求が増々高まってきており、金属磁性薄膜などを用いた連続媒体の実用化が進められている。

ところが、ジャーナル パキウム ソサイエティ テクノロジー 第4巻 (3号)、5月/6月 1986年 第547頁から第549頁 (J. Vac. Sci. Technol. A4 (3), May/Jun 1986) において論じられているように、上記連続媒体には再生出力にモジュレーションと呼ばれる変動があった。これは、ディスクの一方に磁気異方性が生じ、そのため、周方向の磁気特性に着目すると、ディスクの位置ごとに磁性層の磁気特性が異なるために生ずるもので、実用上好ましくない。モジュレーションの大きさは、上記論文において述べられているように磁性層や下地層の成膜条件に依存し、成膜条件を適当に選択することで小さくすることができると知られている。しかし、上記論文は、モジュレーションに着目した程度のものであって、再生出力、記録密度、出力ノイズ特性 ( $S/N$  比) などの磁気記録上最も重要な具体的特性

については何ら検討がなされていなかった。

一方、磁気記録媒体の記録再生特性については、特開昭55-157130号公報に述べられているように、メッキ法で基板上にNiPとAuまたはNiPとCuを積層して下地層とすることで高  $S/N$  比化が達成できることが知られている。また、真空蒸着法による場合にも、特開昭58-62825号公報に述べられているように、基板上にSiとBiとを連続して成膜して下地層とし、さらにCo-Ni合金を形成することで高保磁力化を達成できることが知られている。さらに、特開昭60-111323号公報にはスパッタリング法により、Cr下地層とCo-Pt磁性層を連続して形成することで良好な磁気特性を達成している。しかし、いずれの場合においてもモジュレーションなどの、記録再生特性の一様性などについては充分な検討がなされているとは言えなかった。

(発明が解決しようとする問題点)

上述したごとく従来技術においては、磁気記録媒体のモジュレーションと呼ばれる再生出力変動、

$S/N$  比、記録密度などの総合的な記録再生特性を最適化するという点に関しては何らの検討もなされていなかった。

本発明の目的は、高記録密度での記録再生ができ、高  $S/N$  比で、しかもモジュレーションの小さい磁気記録媒体を提供することにある。

(問題点を解決するための手段)

上記目的は、非磁性基板上に少なくとも下地層、および磁性層からなる磁気記録媒体において、下地層を少なくとも2層からなる複合下地層とすることにより達成される。ここで、複合下地層の基板側の下地層は、Zr, Si, Ti, Y, Sc, Al, C, Ge, Sb, Cuなどの元素、もしくはこれらの合金、またはこれらの元素もしくは合金に、これら以外の元素を20at (原子) % 以下、好ましくは10at % 以下加えた合金、あるいは酸化アルミニウム ( $Al_2O_3$  など)、酸化ケイ素 ( $SiO_2$  など)、酸化マグネシウム ( $MgO$  など) のうちより選ばれる少なくとも1種の酸化物からなり、さらに磁性層側の下地層は、Cr, Mo, W, Ru, Os,

Pd, V, Nb, Hf, Rh, Pt, Irなどの元素、もしくはこれらの合金、またはこれらの元素もしくは合金に、これら以外の元素を20at % 以下、好ましくは10at % 以下加えた合金のうちより選ばれる少なくとも1種によって構成するか、あるいは基板側下地層としてZr, Si, Ti, Y, Sc, Al, C, Ge, Sb, Cuなどの元素およびCr, Mo, W, Ru, Os, Pd, V, Nb, Hf, Rh, Pt, Irなどの元素、もしくはこれらの元素を主成分とする合金のうちより選ばれる少なくとも1種の元素もしくは合金を、例えば成膜速度を大きくし、かつ成膜時のガス圧を小さくして、モジュレーションが小さくなる条件で成膜し、上記と同一材料を用いて磁性層側下地層を、例えば成膜速度を小さくし、かつ成膜時のガス圧を大きくして、 $S/N$  比が高くなる条件で成膜することによっても本発明の目的を達成することができる。そして、基板側に設ける下地層の膜厚は、50Å以上、2500Å以下とすることが好ましく、100~1000Åの範囲がより好ましい。また、磁性層側に設ける下地層

の膜厚は、100～5000Åの範囲が好ましく、より好ましい範囲は500～3000Åである。

本発明の磁気記録媒体を構成する磁性層は、Co、NiまたはFeの単体金属、もしくはCo、NiまたはFeを主成分とする合金からなるものが好ましいが、特にCoを主成分とする合金がより好ましい。そして、さらに耐蝕性の点で主にCoとNiとZr、CoとNiとTi、CoとNiとHf、CoとCrとZr、CoとCrとTiもしくはCoとCrとHfとの合金とし、Ti、Zr、Hfの濃度を、CoとNiの総量に対して、総和で0.1at%以上20at%以下、より望ましくは3at%以上12at%以下、またCoとCrの総量に対して、総和で6wt%以上30wt%以下、より望ましくは10wt%以上25wt%以下であることが望ましい。また、NiのCoに対する含有量は10at%以上60at%以下、より好ましくは30at%以上50at%以下で、CrのCoに対する含有量は3at%以上20at%以下、より好ましくは5at%以上18at%以下であることが望ましい。

そして、磁性層の膜厚は、磁気特性からいって

100～1000Åの範囲が好ましく、より好ましい範囲は300～800Åである。

また、上記磁性層の表面に膜厚100Å以上、1000Å以下、より好ましくは200Å以上600Å以下の非磁性被覆層を保護潤滑膜として形成させることで、耐蝕性と共に耐摺動性を著しく向上せしめることができるので、実用上極めて好ましい。

#### 〔作用〕

本発明者らは、NiPをメッキしたAl合金基板上に、基板温度を150℃としArガス圧を5～40m Torr、投入電力を0.5～15W/cm<sup>2</sup>と変えてRFスパッタリング法で3000ÅのCr下地層、600ÅのCo...Ni...Zr...磁性層、400ÅのC保護潤滑膜を同一条件で形成した磁気ディスクを試作し、その記録再生特性を調べた。その結果、成膜時にArガス圧を高くすると共に、投入電力を小さくして成膜速度を小さくすることで記録密度特性およびS/N比は高くなるが、モジュレーションは大きくなり、逆にArガス圧を小さくすると共に投入電力を高くして成膜速度を大きくする

とモジュレーションは小さくなるが、記録密度特性およびS/N比は低くなるということが分かった。さらに、Cr下地層と磁性層の成膜条件を独立に変えて磁気ディスクを試作し、その記録再生特性を評価したところ、モジュレーションはCr下地層の成膜条件だけで決まっているのに対し、記録密度特性、S/N比はCr下地層と磁性層の両方の成膜条件で決まっていることが明らかになった。そして、結晶組織を調べてみると高Arガス圧、低投入電力で成膜した場合には、下地層、磁性層の結晶粒が500Å程度以下に微細化し、磁氣的分散が小さくなるため、磁化遷移領域が狭小化し、S/N比、記録密度特性が向上していることが明らかになった。しかしこの場合に、X線を利用したボールフィギュア法でCr下地層、磁性層の膜面内における結晶配向性分布を評価したところ、Cr下地層の結晶粒が膜面内で方向性を持って成長し易いため、Cr下地層とヘテロエピタキシー的に成長する磁性層の結晶粒も面内に方向性を持って成長し、磁気ディスク内に磁氣的な異

方性が発生し、このために、円周方向の磁気特性に差異を生じ、モジュレーションの原因となっていることが明らかになった。この現象は、低Arガス圧、高投入電力で下地層を成膜した場合に著しい。さらにこの現象は、基板を30rpmで回転しながらCr下地層、磁性層を成膜しても同じように認められた。また、Cr下地層の膜厚を変えて同様の評価を行なった結果、基板上のCr初期下地層の成長形態、結晶組織がモジュレーションを制御する上で特に重要であることも明らかになった。

以上述べた成膜条件とモジュレーションとの関係などは成膜装置、ディスクの搬送方法、スパッタ時のArガスの導入方法、残留ガス成分、RF、DCスパッタリング法、真空蒸着法、イオンビームスパッタリング法などの成膜方式などによって変化するが、モジュレーションが大きくなる成膜条件では記録密度特性、S/N比に優れ、逆に、モジュレーションが小さくなる条件では記録密度特性、S/N比が劣るという関係は常に成り立つ

4)

い範

以下  
とるこ  
としめ  
い。

基板

-40

て

1, 600

のC保

クを試

果、成

力、成

録密度

レーシ

くする

くする

気特性

: なる

低Ar

割合に著

回転し

じよう

変えて

初期下

地層を

かになっ

ンとの関

、スパッ

、RF、

オンビー

によって

なる成膜

、逆に、

記録密度

成り立っ

ていた。これは、上記のように結晶粒の配向性によってS/N比およびモジュレーションが決まってしまうためである。さらに、この関係は、Cr, Zr, Ru, Pd, V, Nb, Hf, Rh, Ptなどの下地層材料、Co-Ni, Co-Cr, Co-Re, Co-Pt, Co-Fe合金などの磁性層材料に依らず認められた。

そこで、下地層を2層からなる複合下地層とすることにし、各層の成膜条件、各層の材料などについて鋭意検討を重ね、モジュレーションが小さく、しかも記録密度特性、S/N比共に優れた磁気記録媒体の条件について詳細に調査した。ここで下地層材料としては、Sc, Y, Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Ru, Os, Rh, Ir, Pd, Pt, Cu, Ag, Au, C, Si, Ge, Sb, Bi, Alなどの単体材料や、 $\text{SiO}_2$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{ZrO}_2$ などの酸化物よりなる材料について評価を行ない、成膜方法については、RF, DCスパッタリング法、真空蒸着法、イオンビームスパッタリング法などについて種々

Zr, Si, Ti, Y, Sc, Al, C, Ge, Sb, Cuなどの元素およびCr, Mo, W, Os, Ru, Pd, V, Nb, Hf, Rh, Ir, Ptなどの元素のうちより選ばれる少なくとも1種からなる元素またはこれらの元素を主成分とする合金を用い、基板側下地層として、モジュレーションが小さくなる成膜条件で成膜し、次いで上記と同じ材料を用い、磁性層側下地層として、S/N比、記録密度特性に優れた条件で磁性層側の下地層を成膜することで、モジュレーション、S/N比、記録密度共に優れた媒体を提供することができることを見出した。これは、上記条件によれば、いずれの場合も基板上に成長する初期下地層の結晶組織が、成膜時の外部擾乱によらず面内で実質的に等方的と見なせるように成長し、この上にさらに高S/N比、高記録密度となる条件で第2の下地層、および磁性層を形成すると、実質的に等方性を維持しつつ各層の結晶粒がエピタキシャル的に成長していることが、RHEED法、断面TEM観察法、X線回折線法などによる解析の結果明らかになっ

検討した。

その結果、下地層の基板側の材料を、Zr, Si, Ti, Y, Sc, Al, C, Ge, Sb, Cuなどの元素もしくはこれらの合金、またはこれらの元素もしくは合金に、これら以外の元素を20at%以下、好ましくは10at%以下加えた合金、もしくは $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ のうちより選ばれる少なくとも1種となし、下地層の磁性層側の材料を、Cr, Mo, W, Ru, Os, Pd, V, Nb, Hf, Rh, Pt, Irなどの元素もしくはこれらの合金、またはこれらの元素もしくは合金に、これら以外の元素を20at%以下、好ましくは10at%以下加えた合金、のうちより選ばれる少なくとも1種とすることで、モジュレーションが小さく、S/N比の高い媒体を提供できることが明らかになった。ここで、基板側の下地層の成膜条件は、媒体のモジュレーションが小さくなる条件でも良いし、S/N比が高くなる条件でも良い。磁性層側の下地層の成膜条件としてはS/N比の高い条件がより望ましい。あるいは、複合下地層の材料として

た。ここで、基板側の下地層の材質と磁性層側の下地層の材質とは変えた方が上記の効果はより大きかった。

さらに、磁性層側の下地層を、上記の材料および条件で成膜することにより、磁性層の結晶粒性、結晶性、結晶配向性が制御され磁化遷移領域幅が狭小化されるため、高S/N比、高記録密度特性も同時に達成された。

以上の効果は、基板側の下地層膜厚が50Å以上2500Å以下の時に顕著であり、100Å以上1000Å以下の時にはより顕著であった。また、磁性層側の下地層の膜厚は、100~5000Åの範囲で効果があり、特に500~3000Åの範囲で顕著な効果があった。ここで、複合下地層の各層の材料を変えた場合の方が成膜条件の自由度や特性が高く、実用上より好ましいが、装置の構造を工夫すれば各層の成膜条件を独立に変えることもできるので、上記のように同一材料で構成しても大きな問題とはならない。

上記下地層の効果は、磁性層をCoを主たる成

分とする磁性合金とし、基板側下地層をZr, Si, Tiもしくはこれらの合金とし、磁性層側下地層をCrとし、いずれの下地層も同一の成膜条件(媒体が高S/N比となるCr下地層の成膜条件)で形成した場合、もしくは、下地層材料をCrとし、基板側はモジュレーションの小さな条件で成膜して結晶粒を相対的に大きくし、磁性層側はS/N比の高い条件で成膜し、結晶粒が肥大化するのを防いだ場合に特に顕著であった。これはCoの結晶磁気異方性が高いため、Co-Ni, Co-Cr, Co-Re, Co-W, Co-Pt, Co-Fe, Co-Tiなどの合金系においても結晶磁気異方性が大きく、しかもこれらCo系合金はCrと、さらにCrはZr, Ti, Hf, Siなどと整合性良く成長するため、Co系合金の大きな結晶磁気異方性が磁気特性に、特に有効に反映されるためである。しかも、Cr, Zr, Ti, Hf, Siなどは耐蝕性の点でも優れており、特に好ましい。また、基板についてはポリイミド、PETなどの有機系材料、ガラス、セラミックスでも良いが、磁気ディスク

用としては、NiPをメッキしたAl合金基板が耐腐蝕性、価格の点で好ましい。さらに、磁性層の耐蝕性などを考えると、Co系合金の中でもCo-Ni-Zr, Co-Ni-Ti, Co-Ni-Hf, Co-Cr-Zr, Co-Cr-Ti, Co-Cr-Hfなどの合金系がより好ましい。また、高い再生出力を得るためなどのためには、NiのCoに対する濃度を10at%以上60at%以下、CrのCoに対する濃度を3at%以上20at%以下とすることが望ましい。これは、この組成で保磁力が高くなるためである。さらに、Ti, Zr, Hfの濃度は、CoとNiに対して0.1at%以上20at%以下、より望ましくは3at%以上12at%以下、CoとCrに対して6wt%以上30wt%以下、より望ましくは10wt%以上25wt%以下であることが望ましい。これは、Zr, Ti, Hfの添加量が少なく耐蝕性に関する効果が小さいが、添加量が大きすぎると、飽和磁化が低下してしまうためである。そして、磁性層の膜厚は100~1000Åの範囲が好ましく、より好ましい範囲は300~800Åである。

条件でCを4、このようにし、度20m/s、効ギャップをヘッドで記述して示す。

試料 No	下地 第1の下地層
	比較例
1	Zr
2	Ti
3	Si
4	C
5	Ge
6	SiO <sub>2</sub>
比較例	C

第1表から、膜厚5000Å、従来の磁気ディスク、試料No.1~6、モジュレーション、値記録密度1

さらに前記磁性層の表面にAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, 有機物, Rh, C, B, BN, SiCなどからなる膜厚100Å以上1000Å以下、より好ましくは200Å以上600Å以下の非磁性被覆層を実質的に設けることで耐腐蝕性を著しく向上せしめることができるので特に望ましい。また、有機系保護潤滑膜をさらにこの上に形成しても良い。

#### (実施例)

以下に本発明の一実施例を挙げ、図面に基づいてさらに詳細に説明する。図において、同一符号を付したものは同一部品もしくは同じ機能を有する部分である。

#### (実施例1)

第1図に示すごとく、Al-Mg合金などからなる基体1には、NiP, NiWPなどからなる非磁性メッキ層2, 2'が設けられ、さらに、Zr, Si, Ti, Y, Sc, Al, C, Ge, Sb, Cuもしくはこれらの合金、またはAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, MgOなどのいずれか1種からなる基板側第1の下地層6, 6'およびCr, Mo, W, Ru, Os,

Pd, V, Nb, Hf, Rh, Pt, Irなど、もしくはこれらの合金のいずれか1種以上からなる磁性層側第2の下地層7, 7'が設けられ、その上部にCo-Ni, Co-Cr, Co-Re, Co-Pt, Co-Ni-Zr, Co-Cr-Zr, Co-Ni-Ti, Co-Fe, Co-Cr-Tiなどからなる磁性層3, 3'が設けられ、さらにその上にC, B, BN, SiC, SiO<sub>2</sub>, Rh, 金属酸化物などからなる非磁性被覆層4, 4'が設けられている。さらに本実施例について詳細に説明すると、外径130mmφ、内径40mmφ、厚さ1.9mmのAl合金基体1の上に15μmの非磁性12wt% P-Niメッキ層2, 2'を形成し非磁性基板とした。この基板上にRFスパッタリング法により、基板温度180℃, Ar圧15m Torr, RF投入電力2W/cm<sup>2</sup>でZr, Ti, Si, C, Ge, SiO<sub>2</sub>のいずれかからなる、膜厚500Åの第1の下地層6, 6'を形成し; 次いで同条件で第2の下地層7, 7'としてCrを4500Å, 同条件で磁性層3, 3'としてCo<sub>80</sub>Ni<sub>20</sub>Zr<sub>10</sub>を600Å, 最後に非磁性被覆層4, 4'として同

Hf-10% Zr、地層7, 7'、AのCo<sub>80</sub>、m Torr, E4'を形成の磁気ディスク、第2の下地層比が劣化し、%以下と非に比べて総Ir, Pt, どを第2のめられたがでない。

また、N板温度100W/cm<sup>2</sup>でAのY, SiO<sub>2</sub>, Alし、同条件

板が耐  
磁性層の  
もCo-  
f, Co  
Hfなど  
E出力を  
うる濃度  
うる濃度  
しい。  
である。  
Tiに対  
くは3  
wt%以  
25wt%  
Ti。  
果が小  
が低下  
膜厚は  
しい範

もしくは  
る磁性  
の上部  
Pt,  
-Ti,  
層3,  
BN,  
なる非  
らに本  
0mmφ,  
に15  
を形成  
パッタ  
m  
Si,  
500A  
り条件  
同条  
re.,  
て同

条件でCを400Å形成して磁気ディスクとした。  
このようにして作製した磁気ディスクを、相対速  
度20m/s、浮上スペーシング0.2μmとして、実  
効ギャップ長0.6μmのMn-Znフェライトリング  
ヘッドで記録再生した時の特性を第1表にまとめ  
て示す。

第1表

試料 No	下地層		記録再生特性		
	第1の下地層	第2の下地層	D <sub>50</sub> (kFCI)	S/N比	モジュレーション(%)
1	Zr	Cr	28.0	7.0	1
2	Ti	Cr	27.5	6.3	5
3	Si	Cr	27.8	6.3	4
4	C	Cr	26.5	6.1	3
5	Ge	Cr	26.1	6.0	4
6	SiO <sub>2</sub>	Cr	27.0	6.1	3
比較例	Cr		27.4	6.0	13

第1表から明らかなごとく、比較例として示し  
た膜厚5000ÅのCr層だけを下地層とした場合の  
従来型の磁気ディスクに比べ、本実施例における  
試料No 1~6の磁気ディスクは、いずれもモジュ  
レーションが小さく、しかも媒体のS/N比、半  
値記録密度D<sub>50</sub>。(低周波での再生出力の半分の出

Hf-10% Zr, V, Nbの1種からなる第2の下  
地層7, 7'を形成し、さらに同条件で膜厚700  
ÅのCo., Cr., Zr., 膜3, 3' Ar圧5  
m Torr, 8 W/cm<sup>2</sup>で膜厚400ÅのSiO<sub>2</sub>膜4,  
4'を形成し、90mmφの磁気ディスクとした。こ  
の磁気ディスクの特性を評価したところ、Crを  
第2の下地層とした場合に比べて1割程度S/N  
比が劣化した、モジュレーションについては数  
%以下と非常に小さく、下地層を単層とした場合  
に比べて総合的に良好な特性を示した。また、  
Ir, Pt, Pd, Os, Ru, Rh, Pt-Rh合金など  
を第2の下地層とした場合にも同様の効果が認  
められたが、下地膜としては高価となり、経済的  
でない。

また、NiPをメッキしたAl合金基板上に、基  
板温度100℃、Arガス圧20m Torr、投入電力5  
W/cm<sup>2</sup>で、基板側第1の下地層として、膜厚200  
ÅのY, Sc, Al, C, Ge, Sb, MgO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,  
SiO<sub>2</sub>, Al-5% Cu, Cuのいずれか1種を形成  
し、同条件で第2の下地層として膜厚2000Åの

力となる記録密度)が共に優れた総合特性が得ら  
れていることが分かる。特に、Zr, Ti, Siを  
基板側の第1の下地層とした時に良好な特性が得  
られており中でもZrを第1の下地層とした時に  
最も良好な特性が得られた。

X線回折法によれば本発明の磁気ディスクにお  
いてはCrの(110)結晶配向性が極めて高くなっ  
ており、ピーク値でバックグラウンドの2倍程度  
以上の値が実際に確認された。以上の効果は、第  
2の下地層として膜厚3000ÅのCrを用い第1の  
下地層として膜厚100ÅのY, Sc, Al, C, Ge,  
Sb, Cu, MgO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, Zr-10%  
Hf, Zr-10% Ti合金を用いた場合にも認めら  
れたが若干S/N比は低かった。

NiPをメッキした上記Al合金基板上に基板温  
度200℃でDCスパッタリング法でArガス圧10m  
Torr、投入電力4 W/cm<sup>2</sup>で膜厚100ÅのZrもし  
くはSi、もしくはTiからなる第1の下地層6,  
6'を形成し、次いでArガス圧15m Torr、投入  
電力2 W/cm<sup>2</sup>で膜厚2500ÅのMo, W, Hf,

Mo, W, Hf-2% Zr, Hf, V, Nb, Ir,  
Pt, Pd, Os, Ru, Rhを形成した後に、同条  
件で膜厚500ÅのCo., Ni., Ti., および  
Arガス圧10m Torr、投入電力7 W/cm<sup>2</sup>で膜厚  
400ÅのBを形成した220mmφの磁気ディスクも上  
記と同様の特性を示した。

## (実施例2)

次に、第1図に示す構造の磁気ディスクで、さ  
らに別の実施例について以下に説明する。Al-  
Mg合金などからなる非磁性基体1, NiP,  
NiWPなどからなる非磁性メッキ層2, 2',  
モジュレーションの小さな条件で成膜されたZr,  
Si, Ti, Y, Sc, Al, C, Ge, Sb, Cuおよ  
びCr, Mo, W, Os, Ru, Pd, V, Nb, Hf,  
Rh, Ir, Ptもしくはこれらの合金などのいづ  
れか1種からなる基板側の第1の下地層6, 6',  
上記の下地層6, 6'と同一の材料をS/N比の  
高い条件で形成した第2の下地層7, 7', Co-  
Ni, Co-Cr, Co-Re, Co-V, Co-Pd,  
Co-Rh, Co-Mo, Co-W, Co-Ti, Co-



Fe, Co-Ni-Zr, Co-Ni-Ti, Co-Cr-Zr, Co-Cr-Ti, Co-Ni-Cr, Co-Fe-Niなどからなる磁性層3, 3', C, B, Rh, 磁性膜の酸化物,  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$ などからなる非磁性被覆層4, 4'が設けられている。この磁気ディスクの作製手順は、外径150mmφ、厚さ2mmのAl合金基体1に、10μmの非磁性11wt% P-Niメッキ層2, 2'を形成した非磁性基板上に、RFスパッタリング法により基板温度150℃, Ar圧5m Torr, 投入電力5W/cm<sup>2</sup>で基板側の第1の下地層6, 6'としてCrを0.005, 0.05, 0.25, 0.4μm形成し、次いで第2の下地層7, 7'として、CrをAr圧15m Torr, 投入電力1.6W/cm<sup>2</sup>でそれぞれ0.495, 0.45, 0.25, 0.1μm形成した後、同じ条件で膜厚450ÅのCo<sub>0.4</sub>Ni<sub>0.6</sub>Zr<sub>0.05</sub>からなる磁性層3, 3', Arガス圧10m Torr, 投入電力3W/cm<sup>2</sup>で膜厚400ÅのCの非磁性被覆層4, 4'を形成して磁気ディスクとした。ここで比較のため、Cr下地層をArガス圧5m Torr, 投入電力5.0W/cm<sup>2</sup>で1層0.5μm膜厚

に形成した場合、およびArガス圧15m Torr, 投入電力1.6W/cm<sup>2</sup>で1層0.5μm膜厚に形成した場合についても検討した。磁性層3, 3', 非磁性被覆層4, 4'については上記と同一条件で形成した。

第2図にこれらの磁気ディスクを、実効ギャップ長0.4μmのMn-Znフェライトヘッドを用い、相対速度14m/s, 浮上量0.2μmで評価した結果を示す。Cr下地層を5m Torr, 5.0W/cm<sup>2</sup>で形成すると、モジュレーションは小さくなるが、S/N比は低い(第2図のCr下地層膜厚t=0.5μmの場合に相当)。これに対し、Cr下地層を15m Torr, 1.6W/cm<sup>2</sup>で形成すると、モジュレーションは大きい、Cr下地層、磁性層の結晶粒が300~400Åと小さくなるためS/N比は高くなる(第2図でt=0μmの場合に相当)。すなわち、本実施例では、第1のCr下地層をモジュレーションが小さくなる条件で、第2のCr下地層をS/N比が高くなる条件で形成していることになる。第2図から、モジュレーションが小さくなる条件

(5m Torr, 5.0W/cm<sup>2</sup>)で形成した第1のCr下地層膜厚を0.05μm以上に厚くするとCrの(110)配向性が高くモジュレーションが急激に小さくなるが、結晶粒はゆるやかに肥大化するためS/N比は徐々に小さくなる。以上のように、下地層を2層にすればモジュレーション低減、高S/N比の効果は認められるが、第1の下地層の膜厚を50Å(0.005μm)以上2500Å(0.25μm)とする方がより望ましい。

#### (実施例3)

次にさらに別の実施例について述べる。外径220mmφ、厚さ3mmのAl合金基体上に、20μmの非磁性13wt% P-Niメッキ層を形成した非磁性基板上に、DCスパッタリング法で基板温度200℃のAr圧10m Torr, 7W/cm<sup>2</sup>でZr, Zr-2% Hf, Si, Ti, Y, Sc, Al, C, Ge, Sb, CuおよびCr, Mo, W, Os, Ru, Pd, V, Nb, Hf, Rh, Ir, Ptのいずれか1種を第1の下地層として100Å形成し、次いで同一材料を10m Torr, 3W/cm<sup>2</sup>で第2の下地層として2500

Å形成した後、同条件でCo<sub>0.4</sub>Ni<sub>0.6</sub>Ti<sub>0.05</sub>磁性層を500Å, Cを500Å形成して磁気ディスクとした場合も、モジュレーションが10%以下でS/N比が6以上と良好な特性を示した。

非磁性被覆層としてCの代りに、B, Rh,  $SiO_2$ をスパッタリング法で形成したが、耐磨動性の点では上述の実施例と同様の良好な結果が得られた。さらに、これら非磁性被覆層の上に有機系保護潤滑膜を5~200Å形成したが、この場合には耐蝕性、耐磨動性の点でより良好な結果が得られた。

#### (実施例4)

第3図にはさらに別の構造の実施例を示す。ガラス、ポリイミド、セラミックス、アルマイト処理Al基板、真ちゅうなどの非磁性基体1、基板側の第1の下地層6, 6', 磁性層側の第2の下地層7, 7', 磁性層3, 3', 有機系保護潤滑膜もしくはRh, C, Si, Ge, SiC, B, BN,  $SiO_2$ ,  $Al_2O_3$ などの非磁性被覆層4, 4'が設けられている。

た場  
磁性  
形成  
ジャン  
い、  
結果  
で形  
、S  
0.5  $\mu$ m  
5 m  
ーシ  
粒が  
なる  
ち、  
ーシ  
をS  
になる。  
条件

磁  
スクと  
で S /  
付摺動  
長が得  
に有機  
場合  
長が得

す。ガイ  
イト処  
店板側  
の下地  
荷滑膜  
B N,  
が設

この磁気ディスクの作製の手順は、外径130mmφ、内径40mmφ、厚さ1.9mmのアルマイト基体1上に、DCスパッタリング法により、基板温度120℃、Arガス圧15m Torr、投入電力4 W/cm<sup>2</sup>で第1の下地層6、6'として膜厚1000ÅのZrを形成し、次いでArガス圧15m Torr、2 W/cm<sup>2</sup>で膜厚2500ÅのCrを第2の下地層7、7'として形成した後、(Co<sub>0.8</sub>Ni<sub>0.2</sub>)<sub>0.95</sub>Zr<sub>0.05</sub>、(Co<sub>0.6</sub>Ni<sub>0.4</sub>)<sub>0.95</sub>Zr<sub>0.05</sub>、(Co<sub>0.4</sub>Ni<sub>0.6</sub>)<sub>0.95</sub>Zr<sub>0.05</sub>、(Co<sub>0.2</sub>Ni<sub>0.8</sub>)<sub>0.95</sub>Zr<sub>0.05</sub>、(Co<sub>0.8</sub>Cr<sub>0.02</sub>)<sub>0.95</sub>Zr<sub>0.05</sub>、(Co<sub>0.7</sub>Cr<sub>0.03</sub>)<sub>0.95</sub>Zr<sub>0.05</sub>、(Co<sub>0.6</sub>Cr<sub>0.1</sub>)<sub>0.95</sub>Zr<sub>0.05</sub>、(Co<sub>0.5</sub>Cr<sub>0.15</sub>)<sub>0.95</sub>Zr<sub>0.05</sub>、(Co<sub>0.4</sub>Cr<sub>0.2</sub>)<sub>0.95</sub>Zr<sub>0.05</sub>、(Co<sub>0.3</sub>Cr<sub>0.22</sub>)<sub>0.95</sub>Zr<sub>0.05</sub>のいずれか1種を磁性層3、3'としてArガス圧15m Torr、投入

(实施例 5)

第4図に、さらに別の実施例を示す。非磁性基体1、非磁性メッキ層2、2'、第1の下地層6、6'、第2の下地層7、7'、第3の下地層8、8'、磁性層3、3'、非磁性被覆層4、4'である。上記の第1図および第3図における第1、第2の下地層と本実施例の第1、第3の下地層とが対応するが、本実施例においてはさらにその間にも中間層を設けることでS/N比をさらに高めることができる。この中間層の材質としてはZr、Cr、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub>など非磁性体であれば良い。

上記の第1図、第3図、第4図に示した本発明の実施例において、非磁性被覆層は無くても良いが、100Å以上形成すればその耐磨動特性が著しく向上するので、非磁性被覆層があった方がより望ましい。ただし1000Å以上設けると、記録再生時にスペーシング損失が著しく多くなり、実用上好ましくなかった。また、本実施例においては、ディスクの両側に成膜した例を示したが、テープやストレッチ型ディスクのように一枚の基板の片

特開昭 63-187416 (9)

電力  $1.6 \text{ W/cm}^2$  で膜厚  $300 \text{ \AA}$  形成し、次いで非磁性被覆膜  $4, 4'$  として  $\text{C}$  を  $\text{Ar}$  ガス圧  $15 \text{ m Torr}$ 、投入電力  $6 \text{ W/cm}^2$  で  $300 \text{ \AA}$  形成して磁気ディスクとした。いずれの磁気ディスクもギャップ長  $0.4 \text{ \mu m}$  の薄膜磁気ヘッドで評価したところモジュレーションは  $5\%$  以下、 $\text{S/N}$  比は  $6$  以上と良好な記録再生特性を示した。 $\text{Ni}$ 、 $\text{Cr}$  の  $\text{Co}$  に対する量がそれぞれ  $10 \text{ at}\%$  以上  $60 \text{ at}\%$  以下、 $3 \text{ at}\%$  以上  $20 \text{ at}\%$  以下のときにモジュレーションは  $5\%$  以下、 $\text{S/N}$  比は  $7$  以上とさらに優れた特性を示した。

上記磁気ディスクの耐蝕性を評価したところ、Zrを添加することで磁気ディスクの耐蝕性が優しく向上していた。この効果はCoとNiの総量に対してZrが0.1at%以上であれば認められたが、20at%よりも多くなると再生出力が低下して好ましくなかった。Ti, Hfに対しても耐蝕性に関して同様の効果が認められた。Co-Cr合金については、Ti, Zr, HfがCoとCrの総量に対して6wt%以上、30wt%以下、さらに10wt%以上25wt%以下の時に総合的に特に良好な結果が得られた。

側のみで成膜しても効果は同じである。

以上の実施例においては、スパッタリング法で成膜した場合について説明したが、真空蒸着法、イオンビームスパッタ法などでも良い。

〔發明の效果〕

以上詳細に説明したごとく、本発明による複合下地層を設けた磁気記録媒体は、モジュレーションが極めて小さく、高S/N比で、高密度記録に適した高性能で信頼性の高い磁気記録媒体が得られる。

#### 4. 図面の簡単な説明

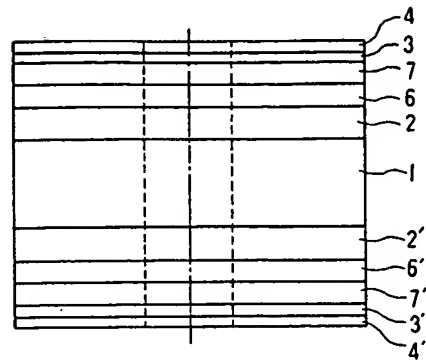
第1図は本発明の実施例1における磁気ディスクの断面構造を示す模式図、第2図は実施例2における磁気ディスクのモジュレーションおよび媒体のS/N比とCr下地層膜厚との関係を示すグラフ、第3図は実施例4における磁気ディスクの断面構造を示す模式図、第4図は実施例5における磁気ディスクの断面構造を示す模式図である。

- 1… 基 体  
2, 2'… 非磁性メッキ層

- 3, 3' ... 磁性層  
4, 4' ... 非磁性被覆層  
6, 6' ... 第1の下地層  
7, 7' ... 第2の下地層  
8, 8' ... 第3の下地層

代理人弁理士 中村純之助

図1



- 1---基体  
2, 2'---非磁性メッキ層  
3, 3'---磁性層  
4, 4'---非磁性被覆層  
6, 6'---第1の下地層  
7, 7'---第2の下地層

図2

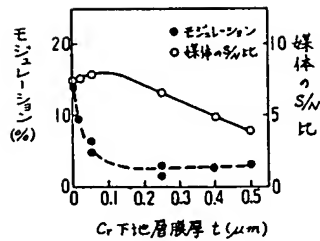
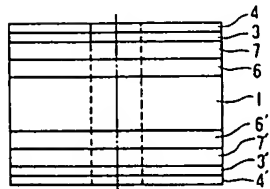
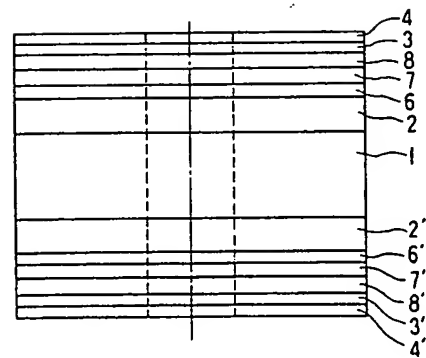


図3



- 1---基体  
3, 3'---磁性層  
4, 4'---非磁性被覆層  
6, 6'---第1の下地層  
7, 7'---第2の下地層  
8, 8'---第3の下地層

図4



- 1---基体  
2, 2'---非磁性メッキ層  
3, 3'---磁性層  
4, 4'---非磁性被覆層  
6, 6'---第1の下地層  
7, 7'---第2の下地層  
8, 8'---第3の下地層

## 第1頁の続き

⑫発明者	松田	好文	東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内
⑬発明者	高木	一正	東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内
⑭発明者	郷原	吉雄	神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会社日立製作所小田原工場内
⑮発明者	積田	則和	神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会社日立製作所小田原工場内
⑯発明者	大浦	正樹	神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会社日立製作所小田原工場内
⑰発明者	林	将章	神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会社日立製作所小田原工場内